

# 冷凍餃子（妥当性評価）

## STQ-GC-B1法（全自動固相抽出装置ST-L400）

### はじめに

本アプリケーションでは加工食品におけるSTQ法の分析適合性の検討として一律基準値(0.01ppm)濃度での添加回収試験を行い、厚生労働省の「食品中に残留する農薬等に関する試験法の妥当性評価ガイドラインについて」を参考に真度(回収率)、併行精度、室内精度を評価しました。

### 前処理フロー

試料採取 5g ※ ACN : アセトニトリル

— 添加 2 ppm 混合標準溶液 25 μL

— 添加 水 7 mL (膨潤 15分)

— 添加 ACN 10 mL

ホモジナイズ 13,000 rpm, 1分

— 添加 塩化ナトリウム 1g

— 添加 クエン酸3Na2水和物 1g

— 添加 クエン酸水素2Na1.5水和物 0.5g

振とう溶解 10秒

— 添加 無水硫酸マグネシウム 4g

振とう 1分

遠心分離 3,500 rpm, 5分

### ACN層抽出液

全自動固相抽出装置ST-L400

Smart-SPE C18-50mg : 精製

— 負荷[通液] ACN層抽出液0.5 mL 分取

— 通液 ACN-水(9/1) 0.4 mL

流出液

— 添加 10%(W/W)NaCl水溶液 約12 mL

Smart-SPE C18-50mg : 保持

— 洗浄 水 2 mL

窒素ガスで乾燥 2分

Smart-SPE C18-50mg

Smart-SPE PSA-30mg : 精製

— 溶出 アセトン-ヘキサン(10/90) 1 mL

溶出液

— 添加 0.1%PEG300-1ppmフェナントレンd体混合アセトン溶液 20 μL

定容 : 1 mL アセトン-ヘキサン(10/90)で調整

GC-MS/MS測定

(LVI-S250 25μL大量注入:試料 6.25 mg相当)

### 実験方法

- 粉砕方法 予冷式ドライアイス凍結粉砕法
- 添加濃度（試料中）：0.01 ppm
- 最終バイアル中濃度：2.5 ppb
- 標準溶液： \* いずれも林純薬工業製
  - ・PL2005農薬GC/MS MIX- I, II, III, IV, V, VI, 7
- 検量線：
  - ・1点：5ppb(PEG共注入標準溶液、直線検量線)
  - ・20ppbフェナントレンd体/20ppmPEG /混合標準溶液（アセトン-ヘキサン）
  - \* フェナントレンd体は装置の感度確認（定量値補正なし）
- 枝分かれ実験：分析者3名が同一の添加試料を1日2回、2日間分析（n=12）
- 使用機器：



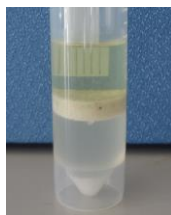
全自動固相抽出装置 ST-L400 (アイステイサイエンス)



大量注入口装置 LVI-S250 (アイステイサイエンス)



GCMS-TQ8040 (島津製作所)



遠心分離後



精製後の固相

### 前処理ポイント

マトリックスの影響を低減するため試料採取量を5gにします。また溶出液には夾雑物の溶出を低減するためアセトン-ヘキサン(10/90)を使用します。

### 結果と考察

評価対象とした325成分のうち293成分でガイドラインの目標値を満たすことができました。アセトン-ヘキサン(15/85)を使用した場合、一部の高沸点農薬のピーク形状が悪化し保持時間が後ろにずれましたが、(10/90)により改善されました。



### 全自動固相抽出装置 ST-L400 For STQ Method

### Sample



### Information

主な原材料  
野菜（きょうちん、たまねぎ、にら、にんにく）  
食肉（鶏肉、豚肉）  
など

水分含量 59.3%  
【出典】  
食品成分データベース  
<http://fooddb.mext.go.jp/>

学会  
第43回農薬残留分析研究会講演要旨集 (P173-182)

### Key Word

残留農薬分析  
STQ法  
自動前処理装置  
固相抽出

## AiSTI SCIENCE

### Product

LVI-S250  
ST-L400  
Smart-SPE C18-50  
Smart-SPE PSA-30  
予冷式ドライアイス凍結粉砕キット

株式会社アイステイサイエンス

[www.aisti.co.jp](http://www.aisti.co.jp)

お問い合わせ先

TEL. 073-475-0033

E-Mail: [as@aisti.co.jp](mailto:as@aisti.co.jp)

